



TUGAS AKHIR - SF 141501

**PENGARUH VARIASI TEMPERATUR KALSIKASI SiO_2
TERHADAP SIFAT KEBASAHAN PADA PERMUKAAN
HIDROFOBIK**

Roihatur Rohmah
NRP 1112 100 055

Dosen Pembimbing
Dr. M. Zainuri, M. Si

Jurusan Fisika
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya 2016



FINAL PROJECT - SF 141501

**VARIATION EFFECT OF SiO_2 CALCINATION
TEMPERATURE ON HYDROPHOBIC SURFACE
WETTABILITY PROPERTIES**

Roihatur Rohmah
NRP 1112 100 055

Advisor
Dr. M. Zainuri, M. Si

Department of Physics
Faculty of Mathematics and Natural Sciences
Institute of Technology Sepuluh Nopember
Surabaya 2016

**PENGARUH VARIASI TEMPERATUR KALSINASI
SiO₂ TERHADAP SIFAT KEBASAHAN PADA
PERMUKAAN HIDROFOBİK**

TUGAS AKHIR

Diajukan untuk Memenuhi Salah Satu Syarat
Memperoleh Gelar Sarjana Sains
pada
Bidang Fisika Material
Program Studi S-1 Jurusan Fisika
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh:

ROIHATUR ROHMAH
NRP 1112100055

Disetujui oleh Tim Pembimbing Tugas Akhir

Dr. M. Zainuri, M.Si
NIP. 19640130 199002.1.001



(.....)

Surabaya, 1 Juli 2016

PENGARUH VARIASI TEMPERATUR KALSIKASI SiO₂ TERHADAP SIFAT KEBASAHAN PADA PERMUKAAN HIDROFOBIK

Nama : Roihatur Rohmah
NRP : 1112100055
Jurusan : Fisika FMIPA-ITS
Pembimbing : Dr. M. Zainuri, M. Si

Abstrak

Terinspirasi dengan biomimetic dari daun talas, permukaan hydrophobic dalam penelitian ini dibuat dengan modifikasi kekasaran dari SiO₂ (Silika). TEOS (Tetraethyl Orthosilicate) digunakan sebagai sumber silika yang menghasilkan prekursor SiO₂ dengan kemurnian 98,3±0,020 %. Prekursor silika diperoleh dari metode sol gel dengan HCL 0,1 M sebagai katalis. Hasil sintesis ini menghasilkan fasa amorphous dengan distribusi ukuran partikel 1232 nm. Prekursor SiO₂ diberi perlakuan panas dengan variasi temperatur kalsinasi 800, 1000, 1100, 1150, dan 1200 °C dengan waktu tahan selama 2 jam. Fasa silika hasil dari kalsinasi yaitu semua amorphous dengan puncak berada pada sudut ±21 °2θ. Lapisan hydrophobic diperoleh dengan menggunakan spray gun dengan fasa filler silika hasil kalsinasi berupa fasa amorf. Distribusi ukuran partikel filler silika hasil kalsinasi temperatur 800, 1000, 1100, 1150, dan 1200 °C berturut-turut sebesar 534,9 nm, 538,3 nm, 792,7 nm, 564,3 nm, dan 680,9 nm. Sedangkan permukaan dengan sudut kontak air dengan filler silika hasil kalsinasi temperatur 800, 1000, 1100, 1150, dan 1200 °C berturut-turut sebesar 96,86°, 90,71°, 80,33°, 92,52°, dan 90,61°.

Kata kunci: *hydrophobic, sudut kontak air, Tetraethyl orthosilicate (TEOS).*

VARIATION EFFECT OF SiO₂ CALCINATION TEMPERATURE ON HYDROPHOBIC SURFACE WETTABILITY PROPERTIES

By : Roihatur Rohmah
Student Identity Number : 1112100055
Mayor : Fisika FMIPA-ITS
Advisor : Dr. M. Zainuri, M. Si

Abstract

Inspired by biomimetic lotus leaves, hydrophobic surfaces in this research were made by a modification roughness of SiO₂ (silica). TEOS (Tetraethyl orthosilicate) was used as a source of silica to produce a precursor SiO₂ with a purity of $98.3 \pm 0.020\%$. Silica precursors were obtained by sol gel method with 0.1 M HCl as the catalyst. The synthesis result produced an amorphous phase with a particle size distribution of 1232 nm. Given heat treatment to precursor SiO₂ used calcination temperature variations of 800, 1000, 1100, 1150, and 1200 °C with a holding time for 2 hours. Silica phase from calcination process was amorphous with peak angle $\pm 21^\circ 20'$. Fabrication of composite hydrophobic surfaces were done by using a sprayer gun with phase of the silica filler from calcination process was amorphous. Particle size distribution of the silica filler from calcination process at temperature 800, 1000, 1100, 1150, dan 1200 °C were 534,9 nm, 538,3 nm, 792,7 nm, 564,3 nm, and 680,9 nm, respectively. Meanwhile the water contact angle of the surface with the silica filler from calcination process at temperature 800, 1000, 1100, 1150, dan 1200 °C were 96,86°, 90,71°, 80,33°, 92,52°, and 90,61°, respectively.

Key words: hydrophobic, Tetraethyl orthosilicate (TEOS), water contact angel.

DAFTAR ISI

Halaman Judul	i
<i>Cover Page</i>	ii
Lembar Pengesahan	iii
Abstrak	iv
<i>Abstract</i>	v
Kata Pengantar	vi
Daftar Isi	viii
Daftar Gambar	x
Daftar Tabel	xi
Daftar Lampiran	xii

BAB I PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	2
1.3 Batasan Masalah	2
1.4 Tujuan Penelitian	2
1.5 Manfaat Penelitian	3
1.6 Sistematika Penulisan	3

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 TEOS	5
2.2 Silika	7
2.3 Proses Sol Gel	9
2.4 Kemampuan Tahan Air	10
2.5 Sudut Kontak	10
2.5.1 Kebasahan pada Permukaan Halus	11
2.5.2 Kebasahan pada Permukaan Kasar: Model Wenzel-Cassie	11

BAB III METODOLOGI

3.1 Peralatan dan Bahan	15
3.1.1 Peralatan	15
3.1.2 Bahan	15
3.2 Prosedur Sintesis	15
3.2.1 Sintesis Silika	15

3.2.2 Preparasi Lapisan	16
BAB IV ANALISIS DATA DAN PEMBAHASAN	
4.1 Preparasi Silika.....	19
4.2 Korelasi Temperatur terhadap Pembentukan Fasa SiO ₂ ..	22
4.3 Korelasi Temperatur terhadap Ukuran Partikel SiO ₂	24
4.4 Korelasi Temperatur terhadap Sifat Kebasahan.....	26
4.5 Aspek Keseluruhan	29
BAB V KESIMPULAN	
5.1 Kesimpulan	33
5.2 Saran.....	33
DAFTAR PUSTAKA	35
LAMPIRAN.....	37

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Struktur Teos.....	5
Gambar 2.2 Proses Hidrolisis Permukaan Silika	8
Gambar 2.3 Proses Sol Gel Secara Sederhana.....	10
Gambar 2.4 Sudut Kontak θ Tetesan Air (a) pada Permukaan Hidrofilik dan (b) pada Permukaan Hidrofobik....	11
Gambar 2.5 Ilustrasi Tetesan Air pada Permukaan Kasar dalam Kasus Air Menembus Kekasaran.....	12
Gambar 2.6 Ilustrasi Tetesan Air pada Permukaan Kasar Kasus Udara Terjebak dalam Kekasaran	13
Gambar 3.1 Diagram Alir Sintesis Silika dari TEOS	17
Gambar 3.2 Diagram Alir Preparasi Lapisan <i>Hydrophobic</i>	18
Gambar 4.1 Grafik DSC-TGA.....	20
Gambar 4.2 Pola hasil XRD gel silika	22
Gambar 4.3 Pola hasil XRD silika setelah kalsinasi	22
Gambar 4.4 Cincin heksagonal pada SiO_4 tetrahedron	24
Gambar 4.5 Aglomerasi partikel.....	25
Gambar 4.6 Interaksi kekasaran dengan permukaan air	26
Gambar 4.7 Kekasaran hierarki	27
Gambar 4.8 Sudut kontak air	28
Gambar 4.9 Hasil SEM permukaan dengan silika kalsinasi 800°C	30
Gambar 4.10 Hasil SEM permukaan dengan silika kalsinasi 1100°C	31

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Kristal-Kristal Utama Silika	8
Tabel 4.1 Kandungan dan Persentase Unsur Silika Sol Gel	20
Tabel 4.2 Nilai Lebar dan Letak Puncak Pola XRD Hasil Kalsinasi	23
Tabel 4.3 Distribusi Ukuran Partikel	25
Tabel 4.4 Nilai Sudut Kontak Air (WCA) pada Permukaan	28

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran A	Hasil Pengujian <i>X-ray Flourescene</i> (XRF)	37
Lampiran B	Hasil Pengujian <i>Differential Scanning Calorimetry– Termogravimetric Analysis</i> (DSC-TGA)	39
Lampiran C	Hasil Pengujian <i>Particle Size Analyzer</i> (PSA) ...	41
Lampiran D	Hasil Pengujian <i>Water Contact Angle</i> (WCA)....	45
Lampiran E	Hasil Pengujian <i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM)	47

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Alam mempunyai sifat yang unik serta konstruksi yang tersendiri. Telah ada berbagai material yang sifatnya meniru sifat alam atau biasa disebut *biomimetic* (Bhushan and Jung, 2011). Misalnya permukaan anti air yang meniru prinsip daun talas ketika terkena air. Permukaan daun talas merupakan salah satu contoh permukaan dari benda yang sifatnya *super-hydrophobic* (anti air). Selain daun talas, bulu burung, dan sirip ikan juga merupakan contoh dari permukaan yang sifatnya anti air. Menelaah dari contoh-contoh permukaan yang sifatnya *hydrophobic* di alam tersebut dapat disimpulkan bahwa permukaan *hydrophobic* dipengaruhi oleh dua faktor yaitu komposisi kimia dan faktor kekasaran dari permukaan (Sanjay et al., 2012).

Pada penelitian sebelumnya telah dikembangkan permukaan *hydrophobic* dari komposit PDMS/SiO₂ yang dapat memberikan hasil permukaan *hydrophobic* dengan sudut kontak air mencapai 148,26° (Irawati, 2016 dan Rahayu, 2016). Dalam penelitian tersebut digunakan media kaca sebagai bahan yang dilapisi permukaan *hydrophobic*. Untuk memaksimalkan daya guna silika sebagai material *hydrophobic*, maka dalam penelitian ini akan dilakukan sintesis dan karakterisasi permukaan *hydrophobic* dari komposit SiO₂ dengan cat mobil. SiO₂ diperoleh dari TEOS (*Tetraethylorthosilicate*) yang diproses dengan metode sol gel. Dari metode tersebut akan diperoleh nanosilika amorf yang dapat digunakan sebagai filler untuk komposit permukaan *hydrophobic*. Komposit dibentuk oleh *filler* dan matriks. Dalam penelitian ini digunakan *matrix* berupa cat mobil. Manfaat ditambahkannya nanosilika dalam cat mobil ini yaitu untuk membentuk morfologi pada permukaan lapisan sehingga ada faktor kekasaran yang dapat membuat permukaan bersifat anti air. Ketika suatu lapisan mempunyai sifat hidrofobik, maka permukaan tersebut juga akan

bersifat *self-cleaning* bahkan anti korosi. Sifat *hydrophobic* dapat ditinjau dari sudut kontak air yang terbentuk saat ditetesi oleh air. Variasi yang akan dilakukan pada penelitian ini yaitu pada temperatur kalsinasi silika amorf hasil sol gel. Diharapkan dengan adanya peningkatan temperatur akan terbentuk silika dengan fasa kristal. Sehingga akan diketahui perbedaan pada sifat hidrofobik antar permukaan dengan silika amorf dan silika kristal.

1.2 Rumusan Masalah

Permasalahan yang terdapat dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Bagaimana mensintesis SiO_2 dari TEOS berdasarkan penelitian yang telah dilakukan.
2. Bagaimana memperoleh lapisan *hydrophobic* dengan menggunakan *spray gun*.
3. Bagaimana pengaruh variasi temperatur kalsinasi SiO_2 terhadap sifat *hydrophobic* pada pelapis mobil.

1.3 Batasan Masalah

Penelitian ini memiliki batasan masalah sebagai berikut:

1. Sumber silika yang digunakan adalah TEOS.
2. Variasi temperatur yaitu 800°C , 1000°C , 1100°C , 1150°C , dan 1200°C dengan waktu tahan selama 2 jam.
3. Metode sintesis yang digunakan adalah metode sol gel.
4. Perbandingan silika, cat, dan *thinner* yang digunakan adalah 0,1 gr : 2 ml : 2 ml.

1.4 Tujuan Penelitian

Pada penelitian ini bertujuan untuk:

1. Mensintesis SiO_2 dari TEOS berdasarkan penelitian yang telah dilakukan.
2. Memperoleh lapisan *hydrophobic* dengan menggunakan *spray gun*.

3. Mengetahui pengaruh variasi temperatur kalsinasi SiO_2 terhadap sifat *hydrophobic* pada pelapis mobil.

1.5 Manfaat Penelitian

Penelitian ini dapat bermanfaat untuk peneliti, laboratorium, pembaca, dan bidang industri dalam memberi wawasan bahwa nanosilika dapat digunakan sebagai material *hydrophobic* yang dapat dikembangkan pada bidang industri mobil sebagai pelapis mobil anti air.

1.6 Sistematika Penulisan

Sistematika penulisan tugas akhir ini terdiri dari lima bab yaitu: Bab 1: pendahuluan yang berisi latar belakang, perumusan masalah, tujuan penelitian, manfaat penelitian, serta sistematika penulisan. Bab 2: tinjauan pustaka berisi tentang dasar teori yang digunakan sebagai acuan dalam penelitian. Bab 3: metodologi penelitian, Bab 4: hasil penelitian dan pembahasan, dan Bab 5: kesimpulan dan saran.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB II

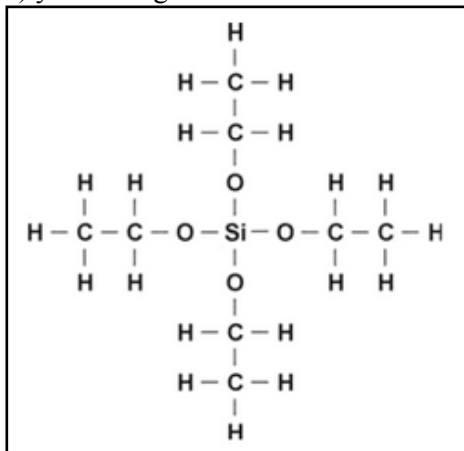
TINJAUAN PUSTAKA

2.1 TEOS

Tetraethylorthosilicate (TEOS) atau $\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$ merupakan alkoksilane yang digunakan sebagai:

- a. monomer dalam produk polimer silikon
- b. intermediat (bahan awal) dalam produksi bahan kimia organik atau inorganik
- c. produksi partikel dalam permukaan atau substrat
- d. manufaktur semikonduktor
- e. preparasi polimer untuk manufaktur elastomer silikon
- f. pelapis, tutup, bahan bangunan, dan bahan cetakan

Wujud dari TEOS yaitu cairan yang tidak berwarna. TEOS termasuk senyawa silikon ester yaitu senyawa silikon yang mempunyai unsur oksigen di antara silikon dan juga merupakan gugus organik seperti $\equiv\text{SiOR}$ (Kern, 2012). Gambar dari unsur silikat (TEOS) yaitu sebagai berikut:

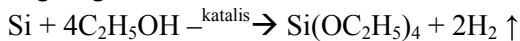


Gambar 2.1 Struktur TEOS (Fahrner, 2011)

TEOS termasuk senyawa volatil yang rendah atau sulit menguap dan diklasifikasikan sebagai senyawa yang mudah terbakar pada titik nyala (45°C) dan titik didihnya (165°C-166°C). Ketika kontak langsung dengan air, TEOS cepat bereaksi sehingga rusak dan menjadi asam silikat dan etanol. Selain itu, TEOS juga tidak bisa larut (*incompatible*) dalam zat seperti air, alkali, asam-asam mineral, dan agen pengoksidasi yang kuat (Kern, 2012).

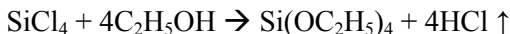
TEOS merupakan sumber silika (SiO₂). Silika yang dikomersilkan secara bebas yaitu etil silikat-40, yang mengandung 40% silika. Beberapa reaksi yang dapat digunakan untuk membentuk etil silikat yaitu:

a. Reaksi langsung dari Si



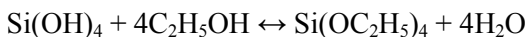
Logam Si akan bereaksi dengan etil alkohol yang menghasilkan TEOS dan gas hidrogen. Dalam reaksi ini terdapat hambatan yaitu ketidaktersediaan logam Si murni yang ada bebas di alam, sebagian besar logam membentuk oksida dan bercampur dengan oksida logam yang lainnya (Bharti, 2014).

b. Sintesis Van Ebelman



Reaksi antara silikon tetraklorida dengan etil alkohol dalam fasa cair pada suhu kamar (30°C) akan menghasilkan TEOS dengan gas HCl. Ada hambatan dalam reaksi ini yaitu silikon tetraklorida tidak mudah diperoleh di alam. Akan tetapi, dapat lebih mudah diproduksi apabila dibandingkan dengan produksi logam Si (Bharti, 2014). Jadi sintesis Van Ebelman lebih mudah dibandingkan dengan reaksi langsung dari logam Si.

c. Transesterifikasi



Reaksi asam silikat dengan etil alkohol akan membentuk TEOS dan air. Kendala dalam reaksi ini yaitu terbentuk air, dimana air

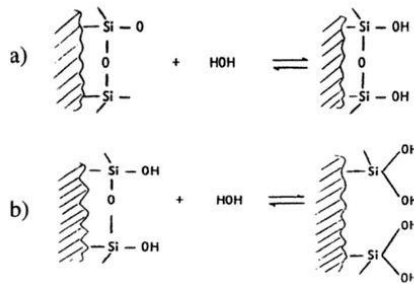
akan langsung menghidrolisis TEOS menghasilkan SiO_2 . Sehingga dari reaksi transesterifikasi ini bukan TEOS sebagai hasil akhir. Akan tetapi, langsung menghasilkan SiO_2 (Bharti, 2014).

2.2 Silika

Sebuah nama untuk grup mineral yang tersusun dari silikon dan oksigen yang biasa disebut silika merupakan senyawa yang dapat banyak diperoleh dari kerak bumi. Silika banyak ditemukan dalam keadaan kristalin dan jarang dalam bentuk amorf. Silika tersusun dari satu atom silikon dan 2 atom oksigen yang dapat ditulis dalam formula kimia SiO_2 . Silika kadang banyak ditemukan pada pasir kuarsa, seperti pasir pantai, dan dapat pula diperoleh bahan sintesis (United state goverment, 1998). Silika banyak dimanfaatkan dalam bidang industri. Untuk mengontrol prosesnya sering dilakukan modifikasi permukaan dengan zeta potensial, energi permukaan, sifat hidrofobik, dan kapasitas adsorpsi (Papirer, 2000).

Partikel silika dalam larutan encer memiliki muatan permukaan karena peristiwa pemutusan dan pertukaran ion antar permukaan pada permukaan padat-cair. Besar dan adanya muatan permukaan tergantung pada konsentrasi potensial penentu ion-ion, pH, dan kekuatan ionik pada larutan. Proses pemutusan pada silika dalam larutan encer digambarkan pada gambar 2.2. Ketika silika kontak dengan air, maka akan terjadi proses hidrolisis pada setiap permukaan dan akan terbentuk grup silanol pada permukaan (gambar 2.2a). ketika silika terkena air untuk waktu yang lama, maka permukaannya cenderung menghidrolisis lebih lanjut untuk membentuk $=\text{Si}(\text{OH})_2$ (gambar 2.2b). Kemungkinan akan terjadi pembentukan beberapa grup silanol, terutama di bawah konsentrasi logam alkali yang cukup rendah. Hidrolisis lebih lanjut dari permukaan atas dapat mengakibatkan pembubaran spesies permukaan untuk membentuk asam silikat dan mengeluarkan atom silikon baru. Hidrolisis pada permukaan

atas ini diikuti dengan pelarutan yang akan berlangsung sampai kesetimbangan larutan padatan tercapai (Papirer, 2000).



Gambar 2.2 Proses Hidrolisis Permukaan Silika (Papirer, 2000)

Silika mempunyai tiga fasa kristalin yaitu kuarsa, tridimit, dan kristobalit. Selain itu, juga memiliki fasa non kristalin yang berupa silika leleh (R. E. Smallman, 1999). Silika yang biasa dikenal dengan pasir silika merupakan silika fasa quartz. Fasa quartz terjadi secara alami pada batu, batu pasir, dan pasir. Jika silika fasa quartz dipanaskan, maka struktur kisi akan mulai berubah pada suhu 870°C (1598°F). Peralihan fasa ini terjadi secara perlahan dalam beberapa waktu dan akan terbentuk fasa baru yaitu fasa kristobalit (Hamer and Hamer, 2004).

Tabel 2.1 Kristal-Kristal Utama Silika (Smallman, 1999)

Bentuk	Rentang stabilitas (°C)	Modifikasi	Kerapatan (kg.m ⁻³)
Kuarsa	<870	β- (heksagonal)	2600
		α- (trigonal)	2650
Tridimit	870-1470	γ- (?)	-
		β- (heksagonal)	2300
		α- (ortorombik)	2270
Kristobalit	1470-1723	β- (kubik)	2210
		α- (tetragonal)	2330

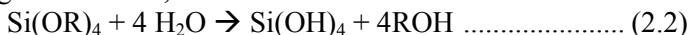
2.3 Proses Sol Gel

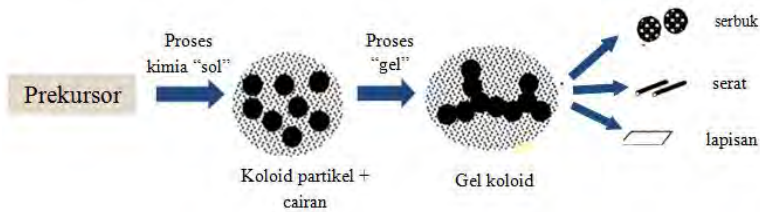
Sebuah koloid merupakan sebuah suspensi dimana fasa terdispersi sangat kecil sehingga gaya gravitasi dapat diabaikan dan interaksi yang didominasi oleh kekuatan jarak yang pendek, seperti gaya Van Der Waals dan muatan permukaan. Kelembaman dari fasa yang terdispersi ini cukup kecil dan menunjukkan gerak Brownian (atau difusi Brownian), dimana pergerakan molekulnya acak dan didorong oleh momentum yang diberikan oleh tabrakan dengan molekul medium suspensi. Sol adalah suspensi koloid dari partikel padat dalam cairan. Sedangkan gel adalah keadaan dimana cairan dan padatan menyebar sehingga menghasilkan jaringan padat yang berisi senyawa cairan. Dalam proses gel sol, prekursor (bahan awal senyawa) untuk persiapan koloid terdiri dari logam atau unsur metaloid yang dikelilingi oleh berbagai ligan (pelengkap tidak termasuk logam atau metaloid atom lain) (Brinker and Scherer, 2013).

Logam alkoksida dikenal sebagai prekursor karena dapat bereaksi langsung dengan air. Reaksi tersebut disebut hidrolisis. Dalam reaksi hidrolisis terdapat ion hidroksil yang menempel pada atom logam. Reaksi tersebut dapat ditulis sebagai berikut:



Dimana R merupakan proton atau ligan yang lain (jika R merupakan alkil, maka •OR adalah grup alkoksi) dan ROH adalah alkohol. Tanda bar (-) kadang digunakan untuk mengindikasikan ikatan kimia. Reaksi hidrolisis sangat bergantung pada jumlah air dan adanya katalis yang akan menjadikan reaksi yang lebih lengkap sehingga semua grup OR akan diganti oleh OH,





Gambar 2.3 Proses Sol Gel Secara Sederhana (Brinker and Scherer, 2013)

2.4 Kemampuan Tahan Air

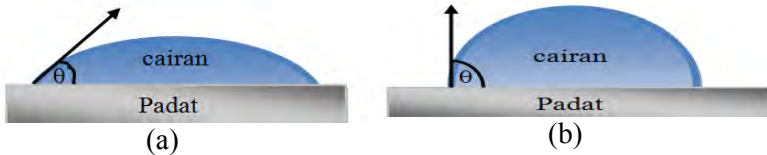
Hidrofobik berasal dari bahasa Yunani yaitu *hydro* yang berarti air dan *phobos* berarti takut, sehingga hidrofobik berarti anti air. Sedangkan permukaan yang mudah basah oleh air disebut sebagai hidrofilik. Perilaku permukaan padat terhadap cairan didefinisikan sesuai dengan sudut kontak cairan ketika berada di atas permukaan padat. Ketika cairan yang digunakan adalah air, sudut ini didefinisikan sebagai sudut kontak air, yang terbentuk antara tiga batas fase; yaitu cair, padat dan gas. Ini perilaku yang berbeda dapat dikorelasikan dengan energi permukaan keduanya antara air dan zat padat. Faktor-faktor lain yang dapat mempengaruhi perilaku pembasahan dapat menjadi parameter dari struktur permukaan seperti porositas, kekasaran, heterogenitas kimia atau reaktivitas (Holmberg, 2002).

Setiap bahan memiliki energi bebas permukaan. Untuk cairan sering disebut tegangan permukaan, tergantung pada gaya antarmolekul dalam material. Sebuah interaksi yang kuat antara molekul memberikan materi energi bebas permukaan yang tinggi dan sebaliknya. Misalnya air yang memiliki tegangan permukaan tinggi sekitar 73 mN/m karena kemampuannya untuk membentuk ikatan hidrogen yang kuat dalam dirinya sendiri (Holmberg, 2002).

2.5 Sudut Kontak

Perilaku cairan yang membasahi permukaan padat dapat dilihat dengan mendepositkan tetesan zat cair pada

permukaan dan mengukur sudut kontakannya. Secara umum, ketika sudut kontak kurang dari 90° permukaan padat dianggap sebagai hidrofilik; dan ketika sudut kontak lebih besar dari 90° permukaan padat dianggap sebagai hidrofobik. Untuk permukaan energi bebas terendah dari bahan antarmuka udara padat sudut kontak dari $\sim 120^\circ$ telah ada pada air (Deng, 2013).



Gambar 2.4 sudut kontak θ tetesan air (a) pada permukaan hidrofilik dan (b) pada permukaan hidrofobik (Deng, 2013)

2.5.1 Kebasahan pada Permukaan Halus

Pada permukaan padat yang halus dan bersifat homogen, sudut kontak air θ dapat ditentukan secara teori dengan persamaan Young sebagai berikut:

$$\cos \theta = \frac{\gamma_{sv} - \gamma_{sl}}{\gamma_{lv}} \quad \text{..... (2.3)}$$

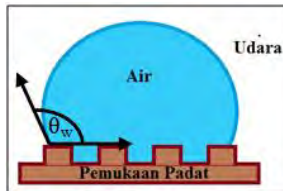
Dimana γ_{sv} merupakan energi antar muka *solid-vapour*, γ_{sl} adalah energi antar muka *solid-liquid*, dan γ_{lv} yaitu energi antar muka *liquid-vapour*. Jika energi antarmuka lebih besar dari energi antarmuka padat-cair ($\gamma_{sv} > \gamma_{sl}$), maka sisi kanan persamaan Young menjadi positif. Sehingga nilai sudut kontak akan berada di kisaran 0° sampai 90° , yang berarti cairan sebagian membasahi permukaan. Ketika nilai dari $\cos \theta$ negatif ($\gamma_{sv} < \gamma_{sl}$), maka sudut kontak akan melebihi 90° dan menjadikan permukaan tidak terbasahi. Persamaan Young hanya dapat digunakan untuk permukaan yang datar. Jadi, untuk permukaan yang kasar persamaan Young tidak berlaku (Deng, 2013).

2.5.2 Kebasahan pada Permukaan Kasar: Model Wenzel-Cassie

Sesuai persamaan 2.3, permukaan hidrofobik meningkat dengan berkurangnya energi bebas antar muka padat-udara pada

permukaan γ_{sv} . Untuk meningkatkan sifat hidrofobik membutuhkan manipulasi pada topografi permukaan. Pengaruh dari kekasaran sangat besar dalam kebasahan permukaan dan akan dibahas oleh Wenzel dan kemudian oleh Cassie dan Baxter (Yang, 2008).

Model Wenzel



Gambar 2.5 Ilustrasi Tetesan Air pada Permukaan Kasar dalam Kasus Air Menembus Kekasaran (model wenzel) (Yang, 2008)

Berdasarkan model Wenzel, tetesan air mengendap pada permukaan dan bagian bawah tetesan menembus ke dalam bagian yang kasar (Gambar 2.5). Peningkatan kekasaran permukaan (karena adanya tekstur) menguatkan hidrofobisitas alami dan hidrofobik material. Sehingga parameter kunci untuk mengendalikan sudut kontak θ_w pada bahan yang sama adalah kekasaran zat padat. Sudut kontak secara jelas pada permukaan kasar dapat dijelaskan oleh persamaan Wenzel:

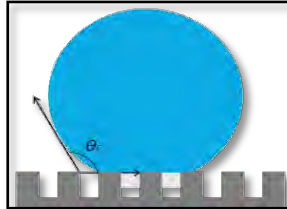
$$\cos \theta_w = r \cos \theta \dots\dots\dots (2.4)$$

di mana θ_w adalah sudut kontak jelas, sudut ini dapat diamati dengan mata atau mikroskop optik; r didefinisikan sebagai rasio antara luas permukaan yang sebenarnya dengan daerah hasil proyeksi dan sebagai faktor kekasaran yang selalu lebih besar dari 1 untuk permukaan padat kasar; θ adalah sudut kontak dari permukaan halus yang sesuai diperoleh persamaan Young (Deng, 2013).

Model Cassie

Kekasaran permukaan akan mengakibatkan sifat hidrofobik suatu permukaan meningkat, sehingga air tidak mungkin untuk

masuk diantara kekasaran permukaan hidrofobik. Karena jika air memiliki kontak sempurna dengan permukaan padat, maka sistem tersebut dalam keadaan energi tinggi (Deng et al., 2011).



Gambar 2.6 Ilustrasi Tetesan Air pada Permukaan Kasar Kasus Udara Terjebak dalam Kekasaran (model cassie) (Deng, 2013)

Sudut kontak yang jelas antarmuka komposit uap-cair-padat ini adalah jumlah dari semua kontribusi dari fraksi fase yang berbeda. Energi antarmuka yang minimum mengakibatkan hubungan Young diterapkan pada setiap permukaan padat, sehingga persamaan untuk model Cassie-Baxter adalah sebagai berikut:

$$\cos \theta_c = f_1 \cos \theta_1 + f_2 \cos \theta_2 \dots\dots\dots (2.5)$$

dengan θ_c merupakan sudut kontak jelas, θ_1 dan θ_2 adalah sudut kontak pada dua jenis bahan, f_1 dan f_2 yaitu masing-masing fraksi permukaan bahan 1 dan 2. Jika cairan terbentuk sempurna di udara, maka sudut kontak akan menjadi 180° . Semakin ekstrim terbentuknya cairan tersebut menjadi sempurna, maka semakin tinggi sudut kontak. Untuk lebih jelasnya dapat dilihat dalam persamaan berikut:

$$\cos \theta_c = 1 + f_l (\cos \theta - 1) \dots\dots\dots (2.6)$$

dimana f_l merepresentasikan fraksi padat-cair di bawah bidang kontak; θ merupakan sudut kontak pada permukaan datar. Sehingga untuk mencapai sudut kontak air yang tinggi, maka kontribusi dari fase padat harus sekecil mungkin (Deng, 2013).

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB III METODOLOGI

3.1 Peralatan dan Bahan

3.1.1 Peralatan

Alat yang digunakan dalam penelitian ini meliputi gelas beker, spatula, *stirrer/hot plate*, pipet, kertas pH meter, *furnace*, neraca digital, *ultrasonic cleaner*, *spray gun*, dan kamera DSLR. Sedangkan untuk karakterisasi yang dibutuhkan adalah XRF (*X-ray Flourescence*) untuk mengetahui kandungan dan prosentase unsur, PSA (*Particle Size Analyzer*) untuk mengetahui ukuran partikel, XRD (*X-Ray Diffractometer*) untuk mengetahui fasa yang terbentuk, SEM (*Scanning Electron Microscopy*) untuk mengetahui morfologi permukaan, DSC-TGA (*Differential Scanning Calorimetry- Thermogravimetric Analysis*) untuk mengetahui temperatur terjadinya pengurangan massa dan perubahan fasa, *Origin Pro 8 Software* untuk mengukur lebar puncak pola XRD, dan *image-J software* untuk menganalisa sudut kontak air (WCA) yang terbentuk.

3.1.2 Bahan

Dalam penelitian ini bahan-bahan yang digunakan yaitu *Tetraethyl Orthosilicate* (TEOS), etanol, aquades, HCl, cat mobil (Merk Nippe 2000), PDMS (*Polydimethylsiloxane*), plat aluminium, dan *thinner*.

3.2 Prosedur Sintesis

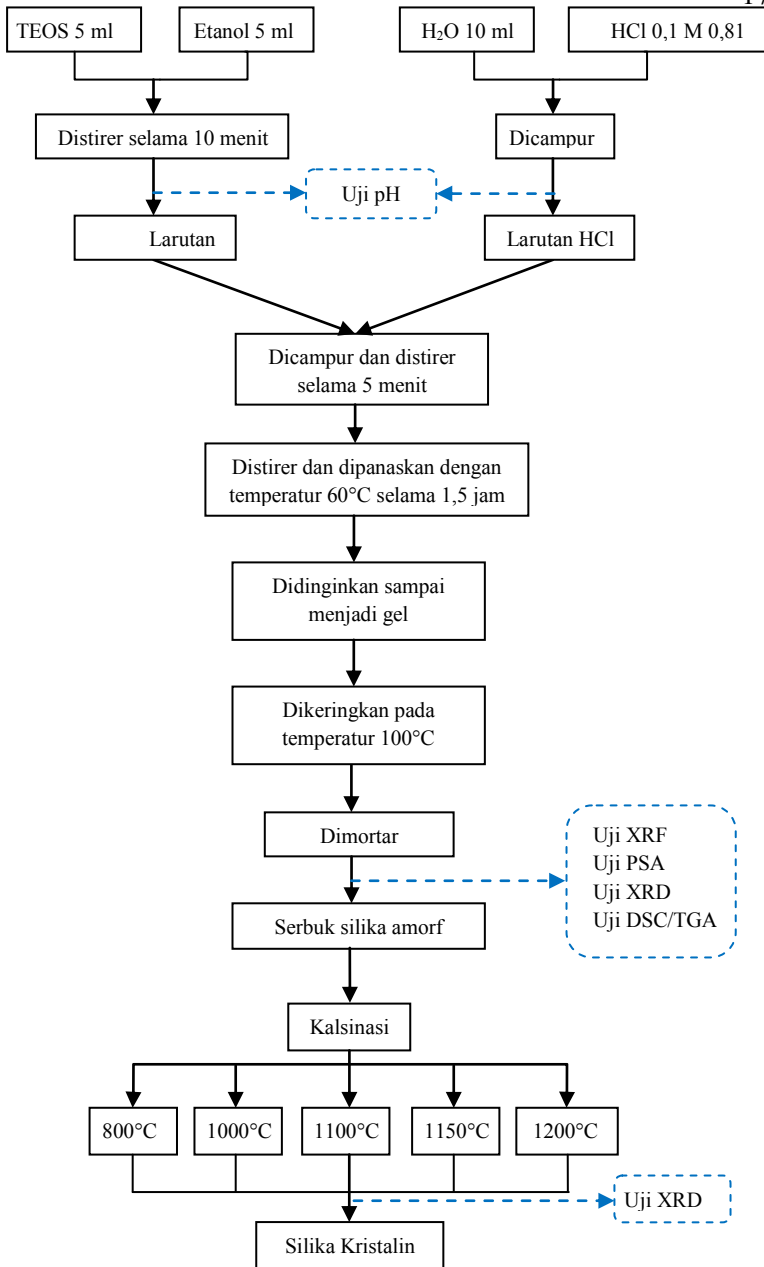
3.2.1 Sintesis Silika

Sumber silika yaitu TEOS sebanyak 5 ml dicampur dengan etanol 5 ml dan dimasukkan ke dalam gelas beker lalu *distirrer* selama 10 menit dalam temperatur ruang. Selanjutnya, diukur aquades sebanyak 10 ml dan ditetesi dengan HCl 0,1 M sebanyak 3-4 tetes lalu diaduk. Adapun pH untuk larutan TEOS larutan HCl yaitu 4,5 dan 2. Selanjutnya, dituang larutan HCl ke dalam larutan TEOS lalu *distirrer* selama 5 menit dalam temperatur

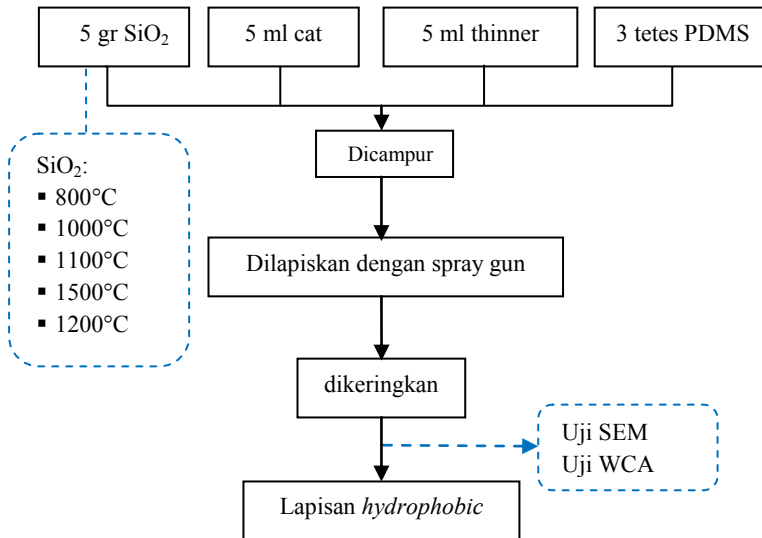
ruang dengan kecepatan konstan dan menghasilkan pH 3,5. Selanjutnya, larutan dipanaskan dalam temperatur 60 °C selama 1,5 jam dan *distirrer* dengan kecepatan konstan. Setelah 1,5 jam, larutan didinginkan sampai menjadi gel. Lalu gel tersebut dikeringkan pada temperatur 100 °C sampai kering. Selanjutnya sampel dimortar hingga menjadi serbuk silika amorf. Kemudian serbuk silika amorf dikalsinasi dengan variasi temperatur 800, 1000, 1100, 1150, dan 1200 °C hingga terbentuk variasi fasa kristal.

3.2.2 Preparasi Lapisan

Lapisan *hydrophobic* dibuat dengan dicampurkan cat mobil dan *thinner* dengan perbandingan 2 ml : 2 ml diaduk selama 10 menit. Setelah itu, ditambahkan serbuk silika 0,1 gr dan di-*ultrasonic cleaner* selama 30 menit agar silika dapat terdistribusi secara merata atau homogen dalam larutan cat. Untuk mengurangi energi permukaan dari cat yang tinggi, ditambahkan 3 tetes PDMS dan di-*stirer* selama 5 menit. Selanjutnya, campuran dilapiskan pada plat alumunium 2cm x 2cm x 1mm dengan spray gun dengan 10 kali semprotan sampai semua permukaan terlapisi. Lapisan dikeringkan dengan temperatur 100°C selama 24 jam.



Gambar 3.1 Diagram Alir Sintesis Silika dari TEOS



Gambar 3.2 Diagram Alir Preparasi Lapisan *Hydrophobic*

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

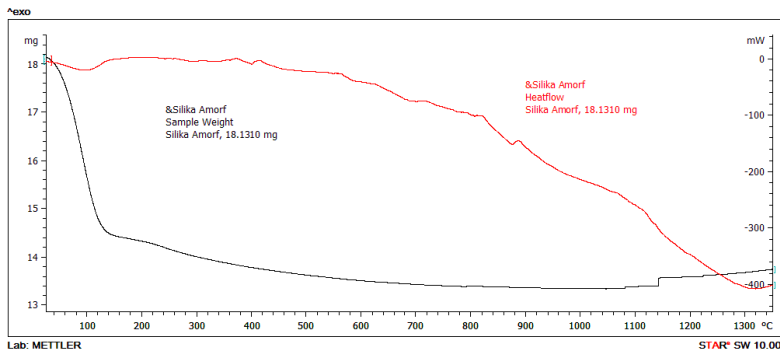
4.1 Preparasi Silika

Penelitian ini digunakan material dasar berupa silika dari material sintetik sebagai penunjang sifat *hydrophobic* suatu lapisan yaitu TEOS (*Tetraethyl Orthosilicate*). Metode sintesis yang digunakan yaitu metode sol-gel. Metode ini dilakukan dengan hidrolisis pada TEOS yang terlarut dalam etanol (C_2H_5OH) dari bentuk sol sampai terbentuk gel. Proses pembentukan sol menuju gel terjadi pada proses kondensasi. Proses pembentukan sol digunakan temperatur $60^{\circ}C$ dengan tujuan untuk mempercepat proses hidrolisis tanpa menghilangkan pelarut (etanol) di dalamnya. Pembentukan *alcogel* diperoleh dari proses pematangan (*aging*) selama ± 24 jam. *Alcogel* (gel basah) terdapat jaringan SiO_2 yang dikelilingi oleh pori-pori yang berisi EtOH (etanol) dan H_2O . Selanjutnya *Alcogel* dikeringkan dengan temperatur $100^{\circ}C$ sampai material berubah menjadi seperti pecahan kaca. Proses pengeringan dilakukan untuk menguapkan pelarut dan gel yang telah mengalami penambahan *cross-linking* pada grup $-OH$ dan $-OR$ yang tidak bereaksi. Pada proses ini akan terjadi pengurangan volum. Hasil pengeringan *alcogel* masih mengandung sisa jenis $-OH$ dan $-OR$ seperti ROH dan H_2O . Gel yang telah dikeringkan itu disebut *xerogel* karena cairan yang semula mengisi pori-pori pada gel tersebut telah menguap (Buckley and Greenblatt, 1994). *xerogel* yang berbentuk seperti pecahan kaca tersebut kemudian dihaluskan dengan mortar untuk mendapatkan *xerogel* dalam bentuk serbuk. Serbuk yang telah dihaluskan kemudian diayak dengan mesh 140 untuk mendapatkan ukuran serbuk yang seragam. Karena material dasar dalam penelitian menggunakan silika sintetik, maka dilakukan pengujian XRF (*X-ray Fluorescence*) pada serbuk silika *xerogel* untuk mengetahui tingkat kemurnian dan kadar silika dalam sampel.

Tabel 4.1 Kandungan dan Persentase Unsur Silika Sol Gel

Senyawa	Konsentrasi (%)
Si	$98,3 \pm 0,020$
Ca	$1,10 \pm 0,010$
Fe	$0,19 \pm 0,004$
Ni	$0,22 \pm 0,001$
Cu	$0,14 \pm 0,007$

Berdasarkan hasil XRF pada Tabel 4.1 dapat diketahui bahwa dalam prekursor silika terdapat unsur selain Si dengan persentase kurang dari 1,5%. Adanya unsur selain Si tersebut kemungkinan berasal dari mineral dalam aquades yang digunakan saat proses hidrolisis. Kadar dari unsur-unsur selain Si tidak cukup berpengaruh pada proses penelitian, karena persentase unsur tersebut sangat kecil.

**Gambar 4.1** Grafik DSC-TGA

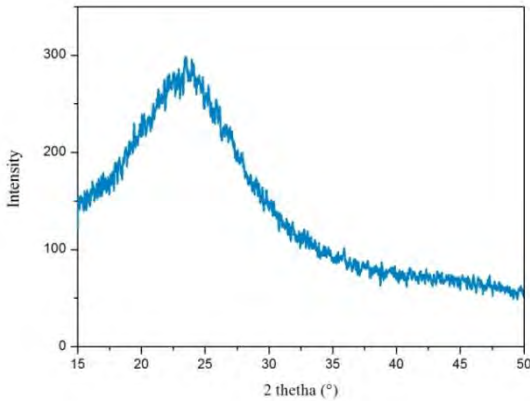
Temperatur kalsinasi ditentukan dari hasil pengujian DSC-TGA (*Differential Scanning Calorimetry- Thermogravimetric Analysis*). Pada hasil pengujian DSC-TGA dengan perlakuan panas 0-1350 °C terjadi reaksi eksoterm dan endoterm yang ditampilkan dalam bentuk kurva berwarna merah (DSC) pada Gambar 4.1. Hasil DSC menunjukkan puncak endoterm terjadi pada temperatur 100 °C. Hal ini ditandai dengan adanya lembah

pada hasil grafik pengujian DSC. Sedangkan pada temperatur ± 1300 °C juga terdapat puncak endoterm. Terjadinya puncak eksoterm dan endoterm pada hasil pengujian karena ada proses pelepasan dan penyerapan panas (Guglielmi, 2014). Akibat adanya perubahan panas ini memungkinkan terjadinya proses transformasi fasa. Selain kurva merah, juga terdapat kurva hitam yang menunjukkan hasil pengujian TGA. Hasil pengujian ini diperoleh dari adanya pengurangan massa SiO_2 saat diberi perlakuan panas. Pada temperatur 0-120°C terjadi pengurangan massa secara ekstrim yang disebabkan sisa kandungan air pada sampel silika yang menguap. Selain itu, pengurangan massa secara signifikan pada temperatur 120-1150°C. Pengurangan ini dikarenakan adanya proses pembentukan fasa baru pada silika disertai proses penguapan. Proses penguapan ini terjadi karena *xerogel* silika yang telah menjadi serbuk masih mengandung sisa grup -OR yang menguap pada temperatur 500°C (Buckley and Greenblatt, 1994). Pada temperatur 1150 °C terjadi penambahan massa yang diikuti dengan adanya aliran panas menuju lembah endoterm sampai temperatur ± 1300 °C. Pada temperatur tersebut kemungkinan terjadi pembentukan fasa kristal (fasa kristobalit) dengan persentase yang cukup tinggi.

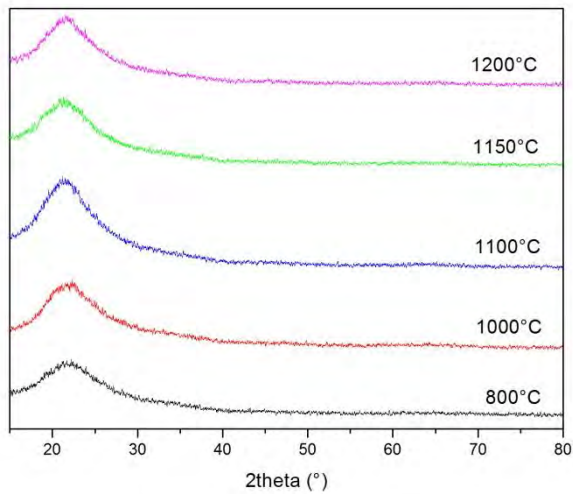
Dari hasil pengujian DSC-TGA ini didapatkan temperatur kalsinasi yang disarankan adalah 800, 1000, 1100, 1150, 1200°C. Karena dengan temperatur tersebut mulai terjadi pembentukan fasa kristal atau terjadi transformasi fasa kristal satu dengan kristal yang lainnya. Semakin kecil rentang temperature yang digunakan, dapat diketahui pada temperature berapa fasa sampel mengalami perubahan. Berdasarkan penelitian yang pernah dilakukan Martínez (2006) dengan menggunakan *xerogel* silika dari material dasar TEOS, fasa kristobalit terbentuk pada temperatur ± 1470 °C. Karena fasa dari material *xerogel* silika yang terbentuk adalah amorf, sehingga untuk mengubah fasa material menjadi kristobalit membutuhkan energi yang besar. Hal ini dikarenakan untuk menyusun atom-atom penyusun material

yang semula acak (amorf) menjadi teratur (kristal) membutuhkan energi yang cukup besar.

4.2 Korelasi Temperatur terhadap Pembentukan Fasa Silika



Gambar 4.2 Pola hasil XRD gel silika



Gambar 4.3 Pola hasil XRD silika setelah kalsinasi

Prekursor silika hasil dari proses sol gel ini adalah silika dengan fasa amorf. Hal ini dapat dibuktikan dengan melihat pola XRD pada Gambar 4.2. Dengan demikian dapat diketahui bahwa susunan atom-atom dalam material silika masih acak. Berdasarkan penelitian Irawati (2016), material dengan fasa kristal akan menghasilkan permukaan yang lebih hidrofobik. Sehingga pada penelitian ini dilakukan kalsinasi untuk merubah fasa material dari amorf menjadi kristal. Kalsinasi dilakukan dengan variasi temperatur dengan tujuan untuk mengetahui pada temperatur berapa mulai terjadi transformasi fasa dari fasa amorf menuju fasa kristal.

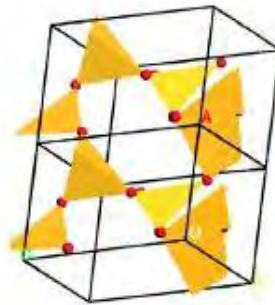
Pola XRD dari sampel hasil kalsinasi dapat dilihat pada Gambar 4.3. Dari gambar tersebut dapat diketahui bahwa fasa dari silika hasil kalsinasi adalah amorf. Ada perbedaan letak puncak dan lebar puncak pada masing-masing pola. Untuk mengetahui letak puncak dan lebar puncak hasil XRD dapat dilihat pada perhitungan lebar penuh pada setengah puncak maksimum (FWHM/ *Full Width at Half Maximum*) dengan menggunakan *software Origin*. Nilai lebar puncak dihitung secara manual dalam *software Origin* seperti yang telah dilakukan oleh Herdianita (1999).

Tabel 4.2 Nilai lebar dan letak puncak pola XRD hasil kalsinasi

No	Temperatur (°C)	Letak puncak	Lebar puncak
1	800	21,7437	14,24
2	1000	22,1939	12,16
3	1100	21,6311	9,88
4	1150	21,2934	11,1
5	1200	21,8562	10,6

Dari hasil lebar puncak tersebut dapat diidentifikasi fasa sampel yang dianalisis. Semakin sempit lebar puncak pola difraksi, maka semakin mendekati fasa kristal. Hasil analisa didapatkan bahwa semua sampel belum terbentuk fasa kristal.

Hal ini dikarenakan kurangnya waktu tahan pada saat proses kalsinasi. Sesuai dengan yang dilakukan oleh Hill dan Roy (1958) yang pernah membuat prekursor SiO_2 dari sumber silika gel dan didapatkan sampel berfasa kristobalit pada temperatur $\sim 1100^\circ\text{C}$ dengan waktu tahan kalsinasi selama 11 hari. Sehingga pada temperatur ini puncak pertama pada pola XRD berada pada derajat $\pm 21^\circ 2\theta$ dengan lebar puncak yang paling sempit. Hal ini juga sesuai dengan penelitian Martínez (2006) yang menghasilkan sampel dengan struktur amorf seperti fasa *low-cristobalite*. Struktur tersebut dapat diindikasikan sama seperti fasa kristal karena mengacu pada bentuk kristalnya yaitu berbentuk tetragonal (Martínez, 2006).

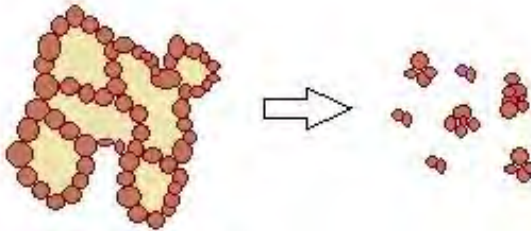


Gambar 4.4 Cincin heksagonal pada SiO_4 tetrahedron untuk rasio molar air dan TEOS 11,66 yang sesuai dengan fase *low-cristobalite* dari sampel suhu lebih tinggi dari 600°C (Martínez, 2006)

4.3 Korelasi Temperatur terhadap Ukuran Partikel Silika

Prekursor SiO_2 diberi perlakuan panas dengan variasi temperatur yang berbeda sesuai dengan hasil DSC-TGA. Perlakuan panas tersebut menjadikan ukuran partikel semakin besar, karena adanya proses aglomerasi partikel. Proses ini terjadi karena adanya peningkatan temperatur sehingga meningkat pula energi yang digunakan untuk menghilangkan kandungan yang dapat menguap dan menjadikan partikel padatan akan saling

berinteraksi atau menggumpal antara satu partikel dengan partikel lain yang divisualisasikan pada gambar 4.5. Dengan demikian semakin tinggi temperature yang digunakan akan memberikan energi yang lebih banyak kepada sistem.



Gambar 4.5 Aglomerasi Partikel

Aglomerasi tersebut terjadi pada ukuran sampel yang berorde nano sampai menjadi orde mikro. Saat temperatur dinaikkan, sisa-sisa kandungan grup $-OH$ ataupun $-OR$ menguap, sehingga pori-pori yang sebelumnya terisi menjadi kosong. Adanya pori-pori yang kosong tersebut memberikan peluang yang besar untuk terjadi aglomerasi partikel dari sampel (Buckley and Greenblatt, 1994). Adapun distribusi ukuran partikel SiO_2 setelah kalsinasi tertera pada tabel 4.3.

Tabel 4.3 Distribusi ukuran partikel

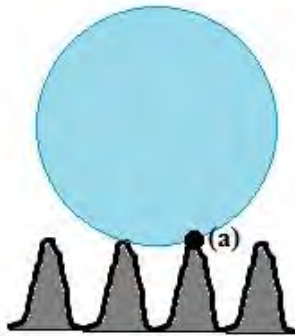
No.	Temperatur ($^{\circ}C$)	Ukuran Rata-rata Partikel (nm)
1	800	534,9
2	1000	538,3
3	1100	792,7
4	1150	564,3
5	1200	680,9

Dari tabel tersebut dapat diketahui bahwa dari temperatur $800^{\circ}C$ sampai $1100^{\circ}C$ terjadi peningkatan distribusi ukuran partikel untuk temperatur yang semakin tinggi. Namun, pada temperatur $1100^{\circ}C$ terjadi anomali yang ditandai dengan peningkatan distribusi ukuran partikel yang ekstrim dibandingkan dengan

peningkatan pada temperatur yang lain. Anomali peningkatan ini terjadi karena pada temperatur 1100°C merupakan temperatur terjadinya transformasi fasa dari amorf menjadi kristobalit (Hill and Roy, 1958).

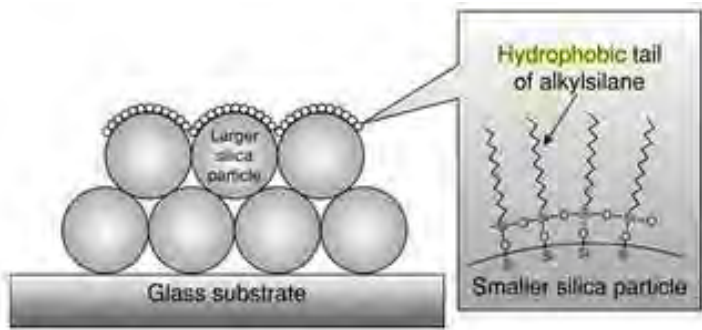
4.4 Korelasi Temperatur terhadap Sifat Kebasahan

Syarat suatu permukaan dapat dijadikan sebagai permukaan hidrofobik yaitu jika permukaan tersebut memiliki sudut kontak air (*Water Contact Angle / WCA*) $>90^\circ$. Sudut ini terbentuk antara permukaan air sampai dengan permukaan lapisan (padatan). WCA permukaan hidrofobik diperoleh dari permukaan yang mempunyai sifat non-polar dan kekasaran yang besar. Sifat non-polar permukaan diperoleh dari material yang bersifat non-polar atau memiliki energi permukaan yang rendah. Dengan energi permukaan yang rendah, ketika material berinteraksi dengan air tidak akan terjadi interaksi yang kuat sehingga air akan cenderung mempertahankan bentuk bolanya. Selain sifat permukaan yang non-polar, tingkat kekasaran juga mempengaruhi sifat hidrofobik suatu material. Permukaan yang kasar yang terbentuk banyak ujung kekasaran di atasnya akan ada sedikit bagian yang berinteraksi dengan air.



Gambar 4.6 Interaksi kekasaran dengan permukaan air

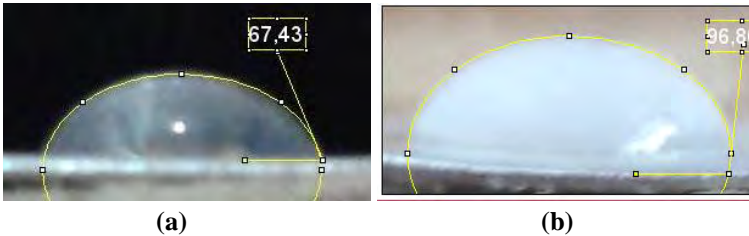
Ujung-ujung kekasaran akan memberi gaya reaksi akibat adanya gaya aksi dari permukaan seperti pada titik a pada gambar 4.6. Dengan adanya gaya aksi reaksi ini, maka akan terjadi kesetimbangan. Berdasarkan teori yang dinyatakan oleh Cassie, diantara bagian-bagian kekasaran dari permukaan akan ada udara yang terjebak saat air berinteraksi dengan permukaan tersebut. Artinya, bagian diantara kekasaran tidak terisi oleh air atau air tidak berinteraksi dengan bagian tersebut. Bagian yang menjebak udara tersebut dapat terjadi karena adanya bagian kekasaran yang sedikit berinteraksi dengan permukaan air, sehingga tegangan permukaan air akan cenderung tetap setimbang pada bentuk semula yaitu cenderung berbentuk bola.



Gambar 4.7 Kekasaran hierarki (Daoud, 2013)

Kekasaran yang terbentuk oleh partikel SiO_2 memiliki ukuran yang berbeda. Perbedaan ukuran dapat memberikan pengaruh pada morfologi permukaan hidrofobik. Semakin homogen ukuran partikel, maka akan semakin seragam pula kekasaran yang terbentuk. Kekasaran permukaan terbentuk dari kekasaran skala mikro dan kekasaran skala nano atau biasa disebut dengan hierarki kekasaran (Michael and Bhushan, 2007). Permukaan dengan partikel yang memiliki skala mikro dikelilingi oleh partikel dengan skala nano (Gambar 4.7) menjadikan

permukaan semakin kasar. Sehingga akan semakin sedikit permukaan yang berinteraksi dengan permukaan air karena yang berinteraksi hanya ujung-ujung dari kekasaran yang berskala kecil.



Gambar 4.8 Sudut kontak air permukaan a) tanpa lapisan dan b) lapisan dengan silika kalsinasi 800°C

Pengukuran WCA (sudut kontak air) dilakukan dengan menggunakan *Image-J Software*. Sudut yang dibentuk air diukur dari permukaan lapisan menuju ke permukaan air. WCA hasil penelitian ini terdapat pada Tabel 4.4.

Tabel 4.4 Nilai sudut kontak air (WCA) pada permukaan

No.	Nama Lapisan	WCA (°)
1	Tanpa lapisan	67,43
2	Tanpa silika	79,18
3	Silika 800°C	96,86
4	Silika 1000°C	90,71
5	Silika 1100°C	80,33
6	Silika 1150°C	92,52
7	Silika 1200°C	90,61

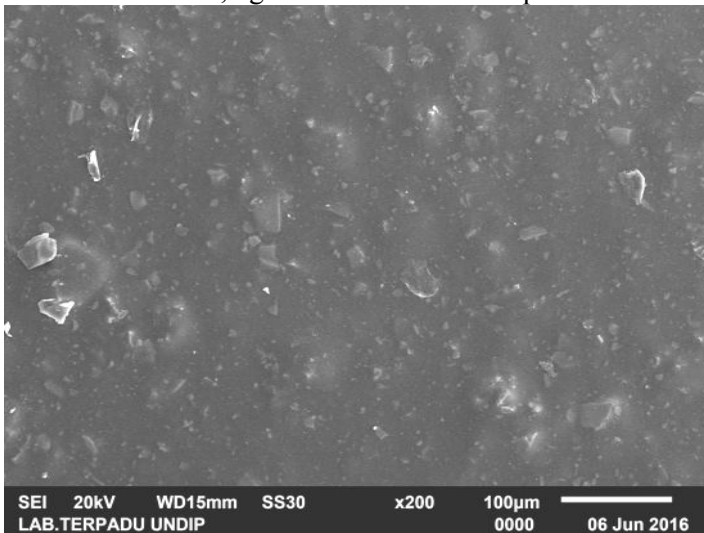
WCA permukaan tanpa lapisan dan permukaan lapisan tanpa silika membentuk sudut kurang dari 90° yang dianalisis bahwa permukaan plat aluminium dan permukaan lapisan tanpa silika atau lapisan hanya dari cat dan *thinner* menghasilkan permukaan yang bersifat hidrofilik (terbasahi). Untuk hasil WCA lapisan dengan silika kalsinasi memiliki rata-rata permukaan yang bersifat hidrofobik (anti air). Namun, untuk permukaan

silika kalsinasi temperatur 1100°C menghasilkan WCA <90°. Pada permukaan dengan lapisan silika kalsinasi 1100°C yang bersifat hidrofilik tersebut terjadi karena ukuran distribusi partikelnya hampir mendekati 1 µm. Ukuran yang relatif besar ini akan memberikan pengaruh pada kekasaran yang semakin kecil atau sedikit. Kekasaran permukaan terbentuk dari partikel silika yang menjadi *filler* dari lapisan. Dengan ukuran partikel yang besar maka akan memperkecil luas permukaan spesifik (luas permukaan per satuan massa). Kekasaran yang sedikit ini yang akan menghasilkan interaksi yang besar terhadap air. Sehingga permukaan akan cenderung terbasahi karena air tidak dalam keadaan setimbang.

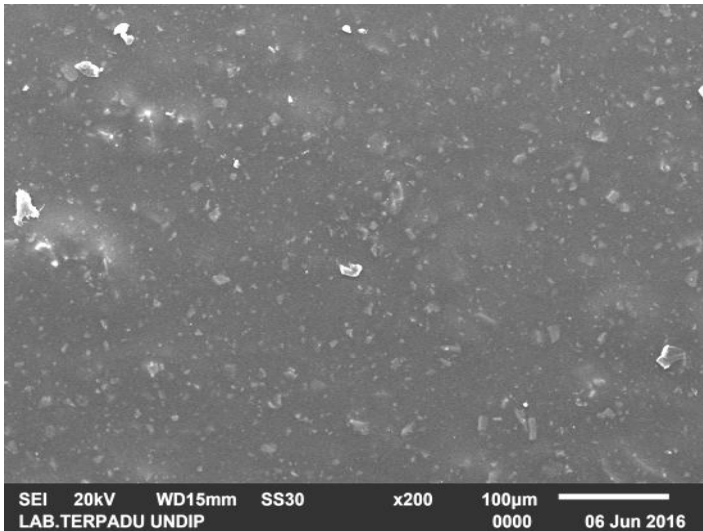
4.5 Aspek keseluruhan

Permukaan hidrofobik dipengaruhi oleh dua faktor yaitu komposisi kimia dan kekasaran permukaan. Modifikasi kekasaran permukaan hidrofobik telah banyak dilakukan dalam penelitian. Dalam penelitian ini digunakan matriks lapisan berupa cat mobil dan *filler* SiO₂ sebagai pembentuk kekasarannya.. Cat yang digunakan berasal dari *polyurethane* (PU) yang memiliki nilai *surface energy* sebesar 35-41 mJ/m²(Wolf, 1999). Nilai ini cukup besar dibandingkan dengan penelitian sebelumnya (Finanti dan Irawati, 2016) dengan menggunakan PDMS sebagai matriks pembuatan lapisan hidrofobik. Karena PDMS memiliki *surface energy* sebesar 20,4 mJ/m²(Jones, 2001), maka diperoleh hasil permukaan yang hampir bersifat superhidrofobik yaitu dengan sudut kontak air 150°. Pada penelitian ini digunakan cat mobil supaya dapat mengetahui pengaruh dari adanya *filler* berupa SiO₂ yang bervariasi temperatur kalsinasinya. Permukaan cat mobil sebelumnya memiliki sifat hidrofilik dengan sudut kontak air sebesar 79,18°. Setelah dilakukan penambahan silika hasil kalsinasi pada pembuatan lapisan diperoleh lapisan dengan permukaan hidrofobik. Pada pembuatan lapisan dengan penambahan silika juga ditambahkan 3 tetes PDMS yang bertujuan untuk membentuk permukaan yang bersifat non-polar.

Permukaan hidrofobik ini dibentuk dengan komposit antara *filler* berupa silika dan matriks berupa cat dan PDMS. Dalam komposit, prosentase filler sangat mempengaruhi strukturnya sehingga dalam penelitian ini sebelum ditentukan *filler* silika sebesar 0,1 gr telah dilakukan percobaan dengan *filler* sebesar 0,01 gr, 0,02 gr, 0,025 gr, 0,05 gr, dan 0,15 gr. Namun, dari hasil percobaan diperoleh permukaan yang dapat membentuk kekasaran yang mempengaruhi pada sifat kebasahannya yaitu *filler* 0,1 gr. Untuk filler dengan massa 0,01 gr sampai 0,05 gr menghasilkan campuran yang kurang maksimal yaitu menghasilkan permukaan hidrofilik. Sedangkan untuk massa *filler* 0,15 gr menghasilkan campuran yang cukup kental sehingga ketika akan dilapiskan dengan menggunakan spray gun larutan campuran tersebut tidak dapat keluar. Oleh karena itu, ditentukan massa filler sebesar 0,1 gr untuk semua variasi permukaan.



Gambar 4.9 Hasil SEM permukaan dengan silika kalsinasi 800°C



Gambar 4.10 Hasil SEM permukaan dengan silika kalsinasi 1100°C

Dari penelitian ini diperoleh permukaan dengan WCA terbesar yaitu pada permukaan dengan *filler* silika kalsinasi 800°C. Pada Gambar 4.9 terlihat morfologi hasil pengujian SEM pada permukaan dengan *filler* silika kalsinasi 800°C, dimana pada gambar tersebut terlihat kekasaran yang dibentuk oleh silika yang ditunjukkan pada gambar yang berwarna putih. Gambar warna hitam menunjukkan matriks pada permukaan. Dari gambar hasil SEM dapat dibandingkan antara permukaan dengan *filler* silika hasil kalsinasi 800°C dengan *filler* silika kalsinasi 1100°C. Pada Gambar 4.9 kekasaran lebih tampak dibandingkan dengan kekasaran pada Gambar 4.10. Hal ini dipengaruhi oleh ukuran partikel pengisi matriks. Dimana ukuran partikel pada silika kalsinasi 1100°C sebesar 792,7 nm dan silika kalsinasi 800°C sebesar 534,9 nm. Dari ukuran tersebut, ketika terjadi aglomerasi saat proses pelapisan, maka aglomerasi yang lebih besar terjadi pada lapisan dengan permukaan dengan silika kalsinasi 1100°C. Dengan ukuran aglomerasi yang lebih besar maka akan membentuk kekasaran yang semakin sedikit atau kecil dan akan

memberikan kemungkinan terjadinya interaksi permukaan lapisan dengan permukaan air yang lebih besar dan semakin sedikit udara yang dapat terjebak diantara kekasaran-kekasaran yang terbentuk. Oleh karena itu, dalam penelitian ini diperoleh permukaan yang memiliki sifat hidrofobik terbaik yaitu pada permukaan dengan *filler* silika kalsinasi 800°C.

Dari hasil penelitian ini belum diketahui pengaruh fasa pada permukaan hidrofobik dengan adanya variasi temperatur kalsinasi *filler* silika. Hal ini disebabkan oleh fasa kristal yang belum terbentuk pada silika hasil kalsinasi. Namun, dengan adanya variasi temperatur ini dapat diketahui pengaruh distribusi ukuran partikel yang dihasilkan yaitu semakin tinggi temperatur, maka semakin besar pula ukuran partikel. Ukuran partikel yang kecil akan memberikan pengaruh pada kekasaran yang besar. Sehingga akan ada sedikit interaksi antara padatan dengan cairan dan semakin besar interaksi antara cairan dengan udara. Hal ini sesuai dengan model cassie. Pada penelitian ini diketahui distribusi ukuran partikel yang paling kecil yaitu silika hasil kalsinasi 800°C sehingga memiliki sudut kontak air yang paling tinggi yaitu 96,86°.

BAB V

KESIMPULAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan diperoleh kesimpulan bahwa:

1. Telah berhasil dilakukan sintesis SiO_2 dari TEOS dengan metode Sol Gel dan didapatkan serbuk SiO_2 dengan kemurnian $98 \pm 0,002\%$.
2. Lapisan *hydrophobic* diperoleh dengan menggunakan *spray gun* dengan:
 - Fasa *filler* silika hasil kalsinasi berupa fasa amorf.
 - Distribusi ukuran partikel *filler* silika hasil kalsinasi temperatur 800, 1000, 1100, 1150, dan 1200 °C berturut-turut sebesar 534,9 nm, 538,3 nm, 792,7 nm, 564,3 nm, dan 680,9 nm.
 - Permukaan dengan sudut kontak air dengan *filler* silika hasil kalsinasi temperatur 800, 1000, 1100, 1150, dan 1200 °C berturut-turut sebesar 96,86°, 90,71°, 80,33°, 92,52°, dan 90,61°.

5.2 Saran

Dari hasil penulisan tugas akhir ini disarankan dilakukan:

1. Variasi temperatur 800-1350°C dengan waktu tahan lebih dari 2 jam agar terbentuk kristal.
2. Jika matriks yang digunakan berupa cat mobil dengan komposisi PU, maka perlu ditambahkan material yang sifatnya dapat mengurangi energi permukaan.
3. Serbuk dari proses sol gel perlu dilakukan milling untuk mendapatkan ukuran partikel berorde 1-100 nm agar kekasaran lebih besar.
4. Jika sumber silika yang digunakan TEOS, maka perlu ditambahkan material lain yang mempunyai ukuran lebih kecil agar dapat mengelilingi silika sehingga terbentuk hierarki kekasaran.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

DAFTAR PUSTAKA

- Bharti, B., 2014. Adsorption, Aggregation and Structure Formation in Systems of Charged Particles: From Colloidal to Supracolloidal Assembly. Springer.
- Bhushan, B., Jung, Y.C., 2011. Natural and biomimetic artificial surfaces for superhydrophobicity, self-cleaning, low adhesion, and drag reduction. *Prog. Mater. Sci.* 56, 1–108.
- Brinker, C.J., Scherer, G.W., 2013. Sol-Gel Science: The Physics and Chemistry of Sol-Gel Processing. Academic Press.
- Buckley, A.M., Greenblatt, M., 1994. The sol-gel preparation of silica gels. *J. Chem. Educ.* 71, 599.
- Daoud, D.W.A., 2013. Self-Cleaning Materials and Surfaces: A Nanotechnology Approach. John Wiley & Sons.
- Deng, X., 2013. Fabrication and applications of superhydrophobic and superamphiphobic surface. Johannes Gutenberg-Universität Mainz.
- Deng, X., Mammen, L., Zhao, Y., Lellig, P., Müllen, K., Li, C., Butt, H.-J., Vollmer, D., 2011. Transparent, thermally stable and mechanically robust superhydrophobic surfaces made from porous silica capsules. *Adv. Mater.* 23, 2962–2965.
- Fahrner, W., 2011. Nanotechnologie und Nanoprozesse: Einführung, Bewertung. Springer-Verlag.
- Finanti, R., Zainuri, M., 2016. Pengaruh Jenis Fasa SiO₂ (Amorphous, Quartz, Cristobalite) terhadap sifat Hydrophobic pada Media Kaca. *J. Sains Dan Seni ITS*.
- Giese, R.F., Oss, C.J. van, 2002. Colloid And Surface Properties Of Clays And Related Minerals. CRC Press.
- Guglielmi, M., KICKELBICK, G., Martucci, A., 2014. Sol-Gel Nanocomposites. Springer.
- Hamer, F., Hamer, J., 2004. The Potter's Dictionary of Materials and Techniques. University of Pennsylvania Press.
- Herdianita, N.R., Ong, H.L., Subroto, E.A., Priadi, B., 1999. Pengukuran kristalinitas silika berdasarkan metode difraktometer sinar-X. *PROC IT B* 31, 41–46.

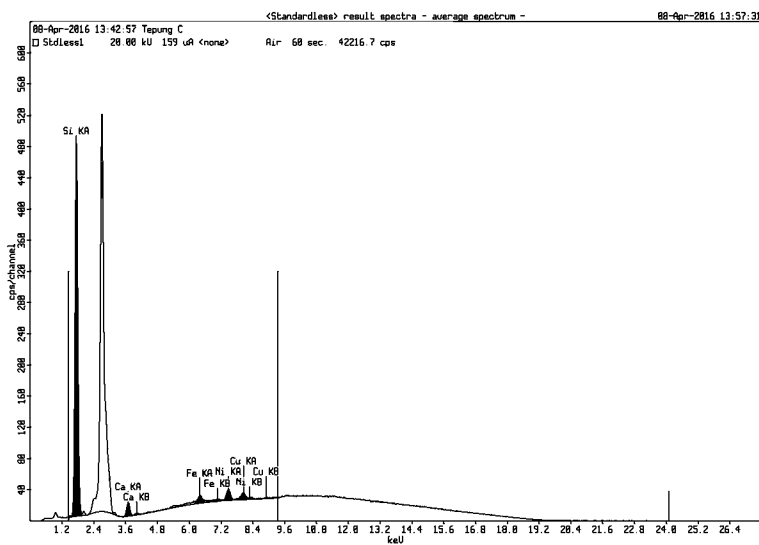
- Hill, V.G., Roy, R., 1958. Silica structure studies: V, the variable inversion in cristobalite. *J. Am. Ceram. Soc.* 41, 532–537.
- Holmberg, K., Jönsson, B., Kronberg, B., Lindman, B., 2002. *Surfactants and Polymers in Aqueous Solution*. Wiley.
- Irawati, A.F., Zainuri, M., 2016. Pengaruh Temperatur Perlakuan Panas Pada Lapisan Hydrophobic Komposit PDMS/SiO₂ Dengan Fasa Silika Kristobalit. *J. Sains Dan Seni ITS* 5, B1–B5.
- Jones, R.G., Ando, W., Chojnowski, J., 2001. *Silicon-Containing Polymers: The Science and Technology of Their Synthesis and Applications*. Springer Science & Business Media.
- Kern, W., 2012. *Thin Film Processes II*. Academic Press.
- Martínez, J.R., Palomares-Sánchez, S., Ortega-Zarzosa, G., Ruiz, F., Chumakov, Y., 2006. Rietveld refinement of amorphous SiO₂ prepared via sol–gel method. *Mater. Lett.* 60, 3526–3529. doi:10.1016/j.matlet.2006.03.044
- Michael, N., Bhushan, B., 2007. Hierarchical roughness makes superhydrophobic states stable. *Microelectron. Eng., Nanoscale imaging and metrology of devices and innovative materials* Proceedings of the European Materials Research Society 2006 symposium F 84, 382–386. doi:10.1016/j.mee.2006.10.054
- Papirer, E., 2000. *Adsorption on Silica Surfaces*. CRC Press.
- R. E. Smallman, 1999. *Met. Fsk Modern & Rkys Material*. Erlangga, Jakarta.
- Sanjay, S.L., Annaso, B.G., Chavan, S.M., Rajiv, S.V., 2012. Recent progress in preparation of superhydrophobic surfaces: a review. *J. Surf. Eng. Mater. Adv. Technol.* 2012.
- United state government, 1998. *Crystalline Silica*. SME, America.
- Wolf, A.T., 1999. *Durability of Building Sealants: State-of-the-art Report of RILEM Technical Committee 139-DBS, Durability of Building Sealants*. RILEM Publications.
- Yang, C., 2008. *Role of Surface Roughness in Tribology: From Atomic to Macroscopic Scale*. Forschungszentrum Jülich.

LAMPIRAN A

Hasil Pengujian *X-ray Fluorescence* (XRF)

A. Hasil Pengujian XRF Silika

Compound	Si	Ca	Fe	Ni	Cu
Conc	98.3 +/- 0.02	1.1 +/- 0.01	0.19 +/- 0.004	0.22 +/- 0.001	0.14 +/- 0.007
Unit	%	%	%	%	%



Gambar 1 Hasil Uji XRF silika amorf

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

exo **Silika Amorf** **07.03.2016 14:10:07**

mg

Step -20.177%
-3.6584 mg

Step 79.0564-03 %
14.3337-03 mg

Step 2.0086 %
37.8160-03 mg

Step 0.9259 %
0.1679 mg

Step 0.1334 %
24.1785-03 mg

Integral normalized
-16.24 mgs°C⁻¹
-0.90 s°C⁻¹
Onset 64.50 °C
Peak 102.57 °C
Endset 169.41 °C

Integral normalized
0.11 mgs°C⁻¹
6.17e-03 s°C⁻¹
Onset 793.72 °C
Peak 795.17 °C
Endset 796.73 °C

Integral normalized
0.21 mgs°C⁻¹
11.72e-03 s°C⁻¹
Onset 1074.12 °C
Peak 1075.73 °C
Endset 1077.56 °C

Integral normalized
0.10 mgs°C⁻¹
5.58e-03 s°C⁻¹
Onset 1212.60 °C
Peak 1214.50 °C
Endset 1216.21 °C

mg/s°C

Integral normalized
-1.28e-03 s°C⁻¹
Onset 1134.05 °C
Peak 1136.58 °C
Endset 1138.50 °C

0.98 mgs°C⁻¹
54.28e-03 s°C⁻¹
Onset 1134.05 °C
Peak 1136.58 °C
Endset 1138.50 °C

0.10 mgs°C⁻¹
5.58e-03 s°C⁻¹
Onset 1212.60 °C
Peak 1214.50 °C
Endset 1216.21 °C

0.11 mgs°C⁻¹
6.17e-03 s°C⁻¹
Onset 793.72 °C
Peak 795.17 °C
Endset 796.73 °C

-16.24 mgs°C⁻¹
-0.90 s°C⁻¹
Onset 64.50 °C
Peak 102.57 °C
Endset 169.41 °C

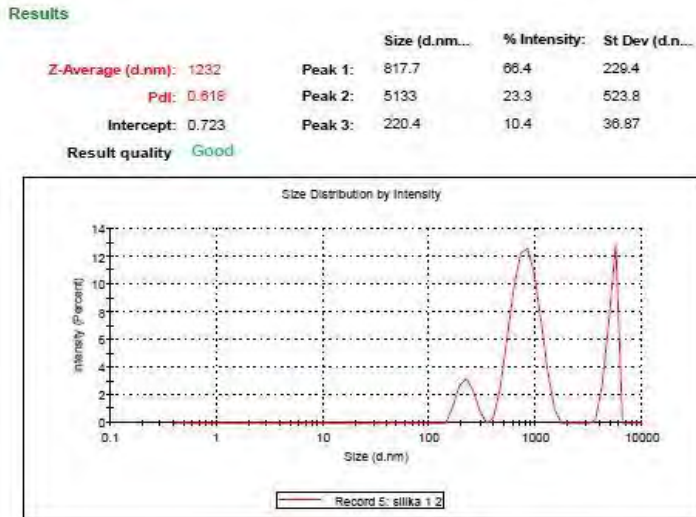
Silika Amorf
Silika Amorf, 18.1310 mg

Lab: METTLER STAR SW 10.0

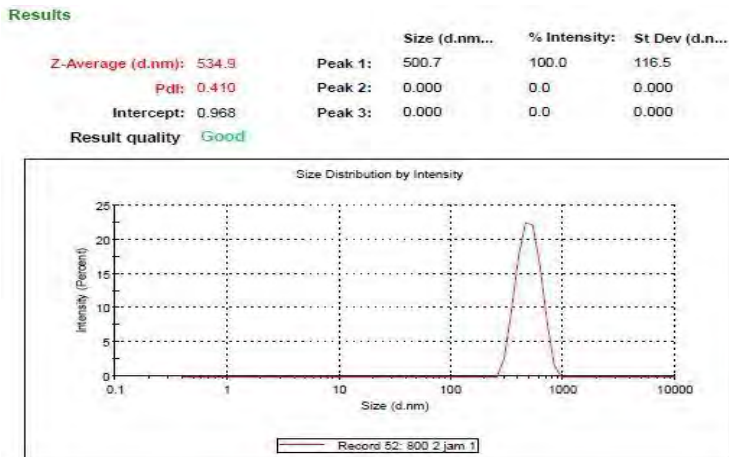
“Halaman ini sengaja dikosongkan”

LAMPIRAN C

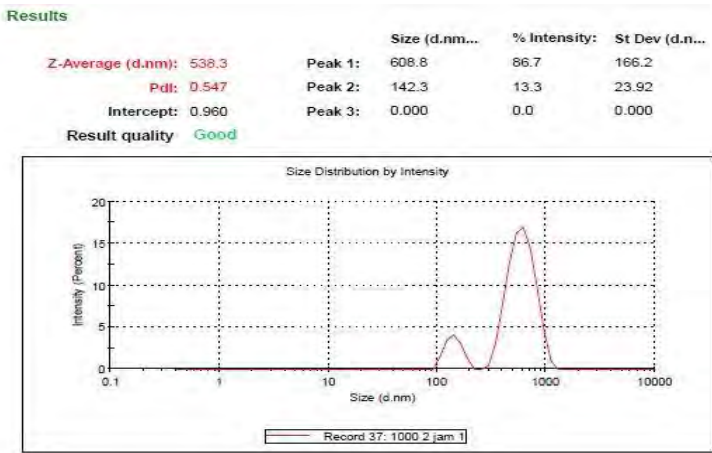
Hasil Pengujian *Particle Size Analyzer* (PSA)



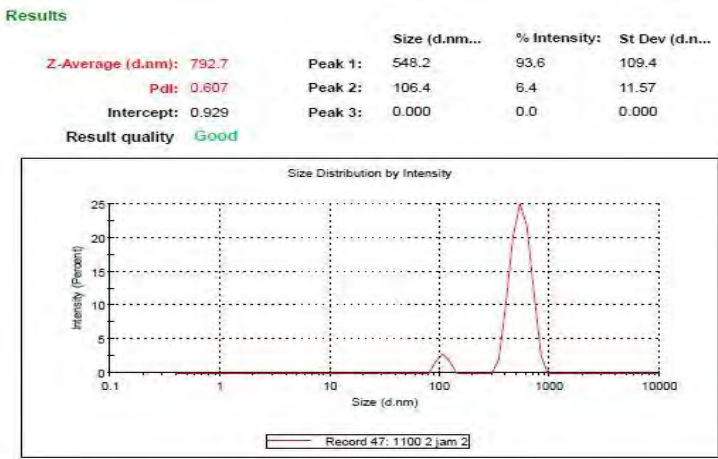
Gambar 3 Silika amorphous tanpa perlakuan panas



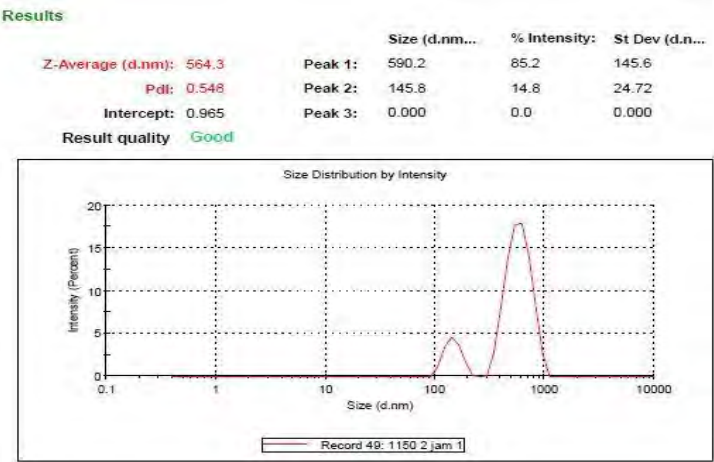
Gambar 4 Silika 800



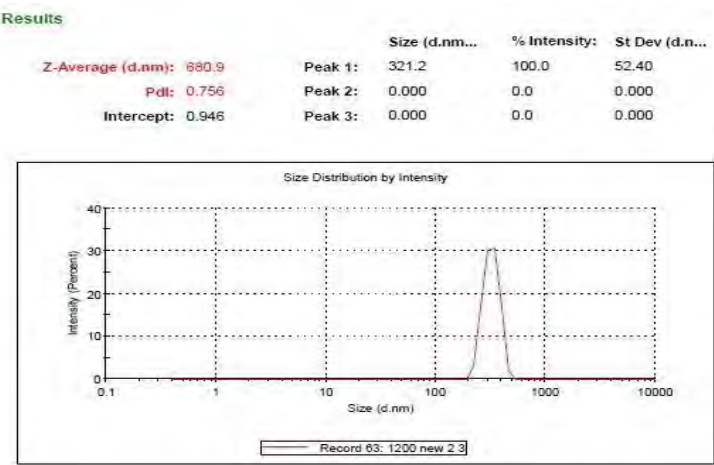
Gambar 5 Silika 1000



Gambar 6 Silika 1100



Gambar 7 Silika 1150

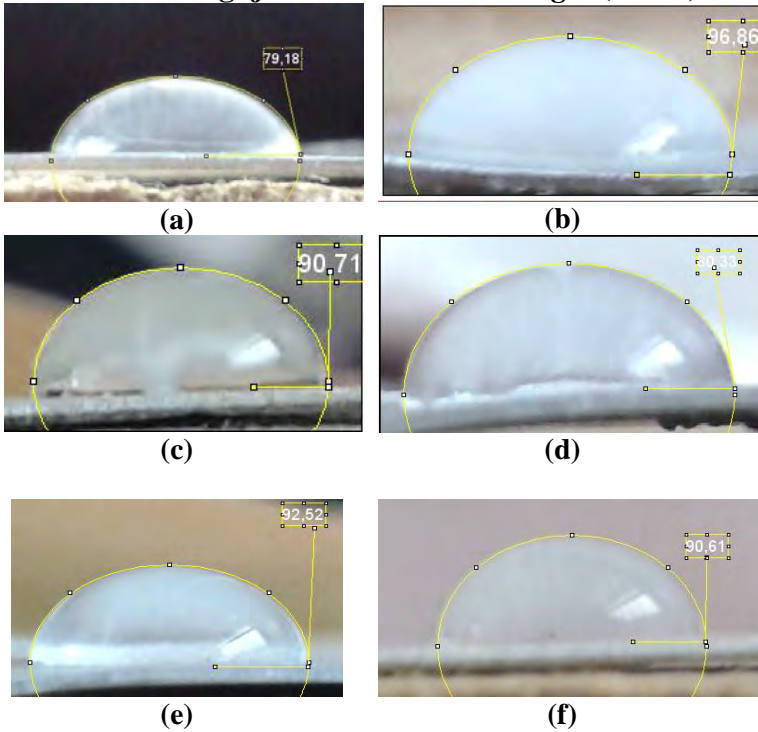


Gambar 8 Silika 1200

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

LAMPIRAN D

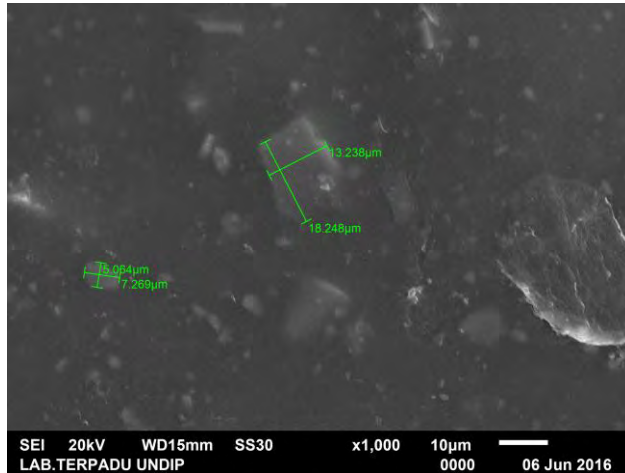
Hasil Pengujian *Water Contact Angle (WCA)*



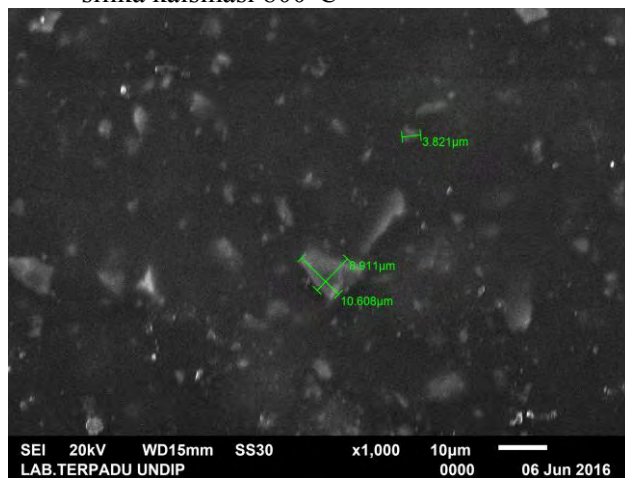
Gambar 9 Sudut kontak a) lapisan tanpa silika, dengan silika kalsinasi b) 800 °C, c) 1000 °C, d) 1100 °C, e) 1100 °C, dan f) 1200 °C

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

LAMPIRAN E
Hasil Pengujian *Scanning Electron Microscopy* (SEM)



Gambar 10 Hasil SEM perbesaran 1000x pada permukaan denan silika kalsinasi 800°C



Gambar 11 Hasil SEM perbesaran 1000x pada permukaan denan silika kalsinasi 1100°C

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BIODATA PENULIS



Penulis berasal dari Tuban, Surabaya dan dilahirkan pada tanggal 26 Maret 1994 dari pasangan Bapak Ridlwan dan Ibu Mahmudah. Penulis merupakan anak tunggal. Penulis telah menempuh pendidikan formal di MI Al Hidayah Laju Kidul Singgahan Tuban, MTs Al Hidayah Laju Kidul Singgahan Tuban, dan MAN Lasem Rembang. Penulis diterima menjadi mahasiswa jurusan fisika FMIPA-ITS pada tahun 2012 dan terdaftar dengan NRP 1112100055. Selama masa perkuliahan, penulis aktif dalam

organisasi mahasiswa. Beberapa organisasi yang sempat ditekuni penulis yaitu sebagai staf Departemen Kesejahteraan Mahasiswa HIMASIKA ITS periode 2013-2014 dan Sekretaris Departemen Minat dan Bakat periode 2014-2015. Penulis juga pernah menjadi asisten Laboratorium Fisika Dasar I, asisten Laboratorium Fisika Dasar II, asisten Fisika Laboratorium Material, dan asisten Laboratorium Madya. Akhir kata bila ada kritik dan saran kirim ke: *roiatur.rohmah@gmail.com*

“Halaman ini sengaja dikosongkan”